

No. 7.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-248302

(43)Date of publication of application : 12.09.2000

(51)Int.Cl.

B22F 3/10
B22F 3/02
// C22C 14/00

(21)Application number : 11-051896

(71)Applicant : YAMAHA CORP

(22)Date of filing : 26.02.1999

(72)Inventor : KOSUGI KATSUHIKO

(54) METHOD FOR SINTERING AND MOLDING TITANIUM METAL POWDER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a molded part high in sintered density and excellent in mechanical strengths by executing debindering under specified pressure at a specified temp. rising rate and executing sintering under specified pressure at a specified temp. for a specified time.

SOLUTION: A green body obtd. by subjecting a compsn. obtd. by kneading titanium metal powder and a binder to injection molding is debindered and is next sintered to produce a molded part. In the debindering, its temp. is raised at a rate of $\leq 15^{\circ}$ C/min from 100 to 400° C in a vacuum higher than 1×10^{-1} Torr or in an inert gas atmosphere of 0.1 to 760 Torr. Then, the sintering is executed in a vacuum higher than 1×10^{-2} Torr or in an inert gas atmosphere of 0.01 to 760 Torr in a region in which the sintering temp. and time are surrounded by the following 7 points: in the case the coordinates of each point are denoted by (time, ° C), respectively, (0, 1,500), (0.5, 1,200), (4, 100), (200, 1,000), (100, 1,100), (50, 1,200) and (25, 1,300) are controlled.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2000-248302
(P2000-248302A)

(43)公開日 平成12年9月12日(2000.9.12)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード*(参考)
B 2 2 F 3/10		B 2 2 F 3/10	C 4 K 0 1 8
3/02		C 2 2 C 14/00	Z
// C 2 2 C 14/00		B 2 2 F 3/02	M
		3/10	S
			F
		審査請求 未請求 請求項の数1	OL (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平11-51896

(22)出願日 平成11年2月26日(1999.2.26)

(71)出願人 000004075

ヤマハ株式会社

静岡県浜松市中沢町10番1号

(72)発明者 小杉 勝彦

静岡県浜松市中沢町10番1号 ヤマハ株式
会社内

(74)代理人 100064908

弁理士 志賀 正武 (外1名)

Fターム(参考) 4K018 AA06 BA03 BB04 BC12 BC13
CA30 DA03 DA21 DA32 DA33

(54)【発明の名称】 チタン系金属粉末の焼結成形法

(57)【要約】

【課題】 焼結密度が高く、機械的強度に優れた成形品
が得られるチタン系金属粉末の焼結成形法を提供する。

【解決手段】 低分子量、低ゲル強度の寒天と、水とからなるバインダーを、チタン系金属粉末と混練して組成物とし、この組成物を射出成形してグリーン体とし、このグリーン体を脱バインダーし、ついで焼結して成形品を製造する際に、脱バインダーを、 1×10^{-1} Torrより高真空または $0.1 \sim 760$ Torrの不活性ガス雰囲気下、 $100^\circ\text{C} \sim 400^\circ\text{C}$ まで昇温速度 $15^\circ\text{C}/\text{分}$ 以下で昇温するものとし、焼結を、 1×10^{-2} Torrより高真空または $0.01 \sim 760$ Torrの不活性ガス雰囲気下、焼結温度および時間を特定の領域内のものとすることを特徴とするチタン系金属粉末の焼結成形法である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 平均分子量が 30,000~150,000 で、ゲル強度が濃度 4% で 200~480 g/cm² の寒天と、水とからなるバインダーを、チタン系金属粉末と混練して組成物とし、この組成物を射出成形してグリーン体とし、このグリーン体を脱バインダーし、ついで焼結して成形品を製造する際に、

脱バインダーを、 1×10^{-1} Torr より高真空または 0.1~760 Torr の不活性ガス雰囲気下、100℃~400℃まで昇温速度 15℃/分以下で昇温するものとし、

焼結を、 1×10^{-2} Torr より高真空または 0.01~760 Torr の不活性ガス雰囲気下、焼結温度および時間を添付図 1 中の A 点 (0 時間, 1500℃)、B 点 (0.5 時間, 1200℃)、C 点 (4 時間, 1000℃)、D 点 (200 時間, 1000℃)、E 点 (100 時間, 1100℃)、F 点 (50 時間, 1200℃)、G 点 (25 時間, 1300℃) で囲まれる領域内のものとするを特徴とするチタン系金属粉末の焼結成形法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明はチタン系金属粉末の焼結成形法に関し、特に焼結密度が高く、機械的強度に優れたチタン系金属の成形品が得られるようにしたものである。

【0002】

【従来の技術】 金属粉末の射出成形は、まず金属粉末とバインダーとを混練し、この混練物を射出成形機によって射出成形して所望の立体形状を有するグリーン体とし、ついで、このグリーン体を加熱してバインダーの一部を分解、除去して脱脂を行う。その後さらに高温で焼結し、成形された金属部品を得るものである。

【0003】 従来、このような金属粉末の射出成形において使用されるバインダーとして、寒天などの天然多糖類の水溶液を使用し、これのゾルーゲル可逆反応を利用するものが知られている。このような多糖類を用いたバインダーは、バインダー中の約 80% 以上が水であるため、脱バインダーが極めて容易であるという利点を有する。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、従来の技術においては、グリーン体に成形された状態で自立できないと、その後の操作での取り扱いが困難であるとの理由から、バインダーには比較的ゲル強度が高く、平均分子量が 20 万~30 万程度と比較的大きい寒天が用いられており、このような寒天を用いたバインダーは、分解性が悪いという欠点があった。すなわち、バインダーとして用いられている寒天のゲル強度が高く、分子量が大きいと、脱バインダー工程における加熱時に分解さ

れ難く、寒天構成成分が多く残留した状態で焼結されることになる。したがって焼結時に炭化して炭化チタン

(TiC) 等の化合物を形成してしまうので、焼結後の残留炭素や残留酸素の量が多く、得られた製品の機械的強度が低いという不都合があった。またバインダーの分解性が悪いので、焼結密度が高くないという問題もあった。

【0005】 本発明はかかる事情に鑑みてなされたもので、焼結密度が高く、機械的強度に優れた成形品が得られるチタン系金属粉末の焼結成形法を提供することを課題とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】 かかる課題は、平均分子量が 30,000~150,000 で、ゲル強度が濃度 4% で 200~480 g/cm² の寒天と、水とからなるバインダーを、チタン系金属粉末と混練して組成物とし、この組成物を射出成形してグリーン体とし、このグリーン体を脱バインダーし、ついで焼結して成形品を製造する際に、脱バインダーを、 1×10^{-1} Torr より高真空または 0.1~760 Torr の不活性ガス雰囲気下、100℃~400℃まで昇温速度 15℃/分以下で昇温するものとし、焼結を、 1×10^{-2} Torr より高真空または 0.01~760 Torr の不活性ガス雰囲気下、焼結温度および時間を添付図 1 中の A 点 (0 時間, 1500℃)、B 点 (0.5 時間, 1200℃)、C 点 (4 時間, 1000℃)、D 点 (200 時間, 1000℃)、E 点 (100 時間, 1100℃)、F 点 (50 時間, 1200℃)、G 点 (25 時間, 1300℃) で囲まれる領域内のものとするを特徴とするチタン系金属粉末の焼結成形法によって解決できる。

【0007】

【発明の実施の形態】 以下、本発明を詳しく説明する。本発明で使用されるバインダーは、平均分子量が 30,000~150,000 で、4% の寒天濃度でゲル強度が 200~480 g/cm² の寒天と、水とからなるものである。寒天は、一般に「寒天」と称されている海草からの抽出物質であるが、主成分はアガロースであり、その他の不純物は総称してアガロペクチンと呼ばれている。寒天は温水に可溶で、その水溶液は 90~96℃でゾル状の粘性液体となり、35~45℃以下に冷却するとゲル化して体積を収縮しながら弾性のある固定化物質となる。このゲル化点およびゾル化点は寒天の濃度あまり影響されない。寒天は、海草の種類やその組み合わせ、あるいは抽出方法等により、寒天粉末を水に溶解させたときのゲル強度は変化する。本発明において、寒天の平均分子量が 30,000 より小さいとグリーン体の強度が低く、保形性が悪くなり、焼結体の寸法安定性が悪くなる。また 150,000 より大きいと分解性が悪くなり、焼結密度が上がらず機械的強度も低下してしまう。また寒天のゲル強度が 200 g/cm² より小さい

とグリーン体の強度が低く、保形性が悪くなり、焼結体の寸法安定性が悪くなる。また 480 g/cm^2 より大きいと分解性が悪くなり、焼結密度が上がらず機械的強度も低下してしまう。

【0008】本発明で用いられるバインダーは、寒天を水に溶解させて得られるもので、具体的には、水100部（重量部、以下同様）に対して寒天を15～35部、好ましくは20～30部を溶解したものである。寒天の含有量が15部未満ではチタン系金属粉末を結合する効果が得られず、35部を越えるとゾル状態での粘度が高くなりすぎて、混練が困難となる。

【0009】また寒天と水に、さらにアルコール類を混合してもよい。このアルコール類としては、エタノール、メタノール、イソプロピルアルコール、2, 3-ジブロムプロパノールなどの1種または2種以上を混合して用いられる。このアルコール類は、寒天のゲル状態におけるゲル強度を高めるものである。アルコール類を添加する場合には、水100部に対してアルコール類5～30部を用いるのが好ましい。アルコール類が5部未満ではゲルの強度を高める効果が不十分であり、30部を越えるとゲルの強度が低下し始める。

【0010】あるいは、寒天と水とからなるバインダー、または寒天と水とアルコール類とからなるバインダーに水溶性高分子を添加してもよい。この水溶性高分子としては、ポリエチレングリコール、ポリビニルアルコール、カルボキシメチルセルロースなどが挙げられるが、なかでもポリエチレングリコールが好適である。この水溶性高分子は、バインダーのゲルに粘性を付与し、射出成形時における射出原料の流動性を向上させ、バインダーとチタン系金属粉末との分離を改善する。水溶性高分子を添加する場合には、水100部に対して水溶性高分子5～10部を用いるのが好ましい。水溶性高分子が5部未満では添加効果が得られず、10部を越えるとゾルの粘度が高くなり、不都合となる。

【0011】また、防腐剤としての安息香酸、安息香酸ナトリウム、ギ酸等、射出成形時の滑剤としてのステアリン酸、エルカ酸、高級脂肪酸の金属石ケン分散剤、界面活性剤などを必要に応じて添加することができる。さらに寒天水溶液におけるゾルの粘性やゲルの強度を大きくするホウ酸ナトリウムを添加してもよい。

【0012】本発明で用いられるバインダーは、例えば90～96℃に加温した温水に寒天、および必要に応じてアルコール類、水溶性高分子、その他の添加物を加え、好ましくは温度100～120℃、蒸気圧1.0～2.0 atmの加圧下でよく攪拌、混合して溶解することによって調製することができる。

【0013】本発明で用いられるチタン系金属粉末としては、純チタンの粉末やチタン系合金粉末である。チタン系合金としては、チタンとアルミニウム、モリブデン、バナジウム、ジルコニウム、クロム等の金属との合

金で、 α 型、near α 型、 $\alpha + \beta$ 型、 β 型等、公知の相を有するものであり、例えば、near α 型のTi-3Al-2V、 $\alpha + \beta$ 型のTi-6Al-4V等である。これらの金属粉末は、ガスアトマイズ法、水アトマイズ法、高圧水アトマイズ法で得られた平均粒径1～200 μm 、好ましくは100 μm 以下、さらに好ましくは20 μm 以下の球状、真球状の微粉末で、カップリング剤によって表面処理されたものが好ましい。平均粒径が1 μm より小さいチタン系金属粉末は製造が難しく、製造コストも高いので好ましくない。一方、平均粒径が200 μm より大きくなると、射出成形時のせん断力により、バインダーと、使用するチタン系金属粉末とが分離して、成形ができないおそれが生じる。

【0014】カップリング剤は加水分解して水酸基を生成し、チタン系金属粉末と相互作用し得る基と、バインダー中の多糖類と相互作用し得る有機官能基の両方を有するもので、具体的には、有機官能基側の側鎖にアミノ基（ $-\text{NH}_2$ ）、スルホ基（ $-\text{SO}_3\text{H}$ ）、アミド基（ $-\text{NHCO}-$ ）、水酸基（ $-\text{OH}$ ）の少なくとも1種を有するチタネート系カップリング剤やシランカップリング剤が好適に用いられる。チタン系金属粉末にカップリング剤による表面処理を施すと、カップリング剤を介してチタン系金属粉末とバインダーとの親和性が向上するので、チタン系金属粉末とバインダーとのぬれ性、接着性が著しく向上する。よって、チタン系金属粉末の配合量を増やすことができ、得られる成形体の焼結密度が高くなる。

【0015】チタン系金属粉末の表面処理法には湿式処理法と、乾式処理法の2つがある。湿式処理法は、カップリング剤を大量の水に分散させたものに、未処理のチタン系金属粉末を添加して攪拌する。そして常温で10～30分程度放置した後、105℃程度の温度で10時間以上加熱乾燥させて、表面処理済みのチタン系金属粉末を得る方法である。乾式処理法は、未処理のチタン系金属粉末をヘンシェルミキサー（商標名）等の高速ミキサーにより高速攪拌しながら、カップリング剤を徐々に添加し、さらに、60～80℃に加温した状態で1000～1500 rpm程度の高速で2～10分間位攪拌して、表面処理済みのチタン系金属粉末を得る方法である。この方法は、特に原料のチタン系金属粉末の平均粒径が10～200 μm 程度と比較的大きい場合に好ましく用いることができる。

【0016】上記のチタン系金属粉末とバインダーは、混練後の組成物におけるチタン系金属粉末の割合が35～70容量%、好ましくは40～60容量%、より好ましくは55容量%となるよう配合され、混練される。またこの際、チタン系金属粉末を数回に分けてバインダーに加えることが好ましい。チタン系金属粉末の割合が35容量%より小さいと焼結後に得られる成形品の焼結密度が低くなるので好ましくなく、成形品の良好な焼結密

度および機械的強度を得るには40容量%以上がより好ましい。また、チタン系金属粉末の割合が70容量%を超えると均一に混練するのが難しくなり、良好な混練状態を得るには65容量%以下がより好ましい。

【0017】混練方法は特に制限はないが、温度100～120℃で、蒸気圧1.0～2.0atmに加圧した状態で混練を行うと、混練性を向上させることができるので好ましい。混練時の温度が100℃より低いと混練性を向上させる効果が得られず、120℃より高いと寒天が徐々に分解しゲル化能力を失うので好ましくない。また混練時の圧力が蒸気圧1.0atmより低いと混練性を向上させる効果が得られず、蒸気圧2.0atmより高いと寒天が徐々に分解しゲル化能力を失うので好ましくない。混練性を向上させることによって、バインダーに対するチタン系金属粉末の配合割合を増やすことができ、成形品の焼結密度を高め、機械的強度を向上させることができる。

【0018】混練後、得られた組成物を造粒してペレット状としたのち、射出成形して、所望形状のグリーン体とする。射出成形温度は、バインダーがゾル状態を保つ90～96℃とされる。射出成形後のグリーン体は常温まで冷やされ、バインダーがゲル状となって、その形状が保持される。ついで、得られたグリーン体を凍結乾燥もしくは真空乾燥し、バインダーがゲル状態を保ったまま、バインダー由来の大部分の水、アルコール類を除去する。その後グリーン体を加熱炉等で加熱して、脱バインダーを行う。このように、脱バインダーの前に水、アルコール類を除去すると、脱バインダー時のグリーン体の割れ、クラックを防止できる点で好ましい。

【0019】本発明では脱バインダーを、 1×10^{-1} Torrより高真空または0.1～760Torrのヘリウム、アルゴン、窒素等の不活性ガス雰囲気下、15℃/分以下の昇温速度で100℃から400℃まで昇温して行うことが特徴である。100℃から400℃までの昇温は、連続的に行ってもよいし、途中の温度で一定の保持時間を設けた後昇温する等多段階の昇温パターンで行ってもよい。また、脱バインダー後に焼結して得られる成形品を、より伸びのよいものとするには、脱バインダーを 1×10^{-1} Torrより高真空または0.1～760Torrの窒素以外の不活性ガス雰囲気下で行うことがより好ましい。脱バインダー後のグリーン体の含水率は0.01～0.1重量%となる。このような条件下で脱バインダーを行うことによって、バインダーを効率良く分解させ、グリーン体から除去することができる。脱バインダー時の雰囲気が760Torrを超えると、バインダーの分解物であるCO₂、CO等のガスが効率よくグリーン体から除去できない場合があり、また、大気下等酸素が存在する雰囲気下で脱バインダーを行うと、バインダーが酸素と反応してバインダー由来の炭素や酸素が残留したり、チタン系金属粉末が酸化したりする場

合があり好ましくない。また、昇温速度が15℃/分を超えると、バインダーが十分分解されずにグリーン体内に残留し、成形品内の残留酸素、残留炭素量が大きくなり機械的強度が低くなるので好ましくない。このように400℃まで昇温して脱バインダーを行った後、得られたブラウン体を加熱炉内でさらに昇温し、焼結を行い成形品を得る。なお、焼結は、脱バインダー後のブラウン体をそのまま引き続き炉内で昇温してもよいし、ブラウン体を一旦冷却した後昇温してもよい。

10 【0020】図2は本発明の焼結成形法における焼結時の焼結温度および保持時間の領域を示したグラフである。本発明では焼結を、 1×10^{-2} Torrより高真空または0.01～760Torrのヘリウム、アルゴン、窒素等の不活性ガス雰囲気下、焼結温度および時間を図2中の斜線を符した領域内のものとするのが特徴である。また、焼結して得られる成形品を、より伸びのよいものとするには、焼結を 1×10^{-2} Torrより高真空または0.01～760Torrの窒素以外の不活性ガス雰囲気下で行うことがより好ましい。このような条件下で焼結を行うことによって、得られる成形品が高密度で、機械的強度に優れたものとなる。

20 【0021】焼結温度および時間は、具体的には、1000～1500℃で、保持時間200時間以下の範囲であり、例えば、図2中のf点およびj点のように、焼結温度が1000℃の場合は4～200時間保持し、c点およびi点のように、焼結温度が1200℃の場合は0.5～50時間保持し、また、1500℃の場合は1500℃で保持せずただちに降温する。焼結温度が低いほど保持時間の好適な範囲は斜線の領域内の長時間側にシフトし、焼結温度が高いほど短時間側にシフトする。すなわち、低温側の温度領域で焼結する場合は、ある一定の保持時間未満では焼結が不十分となり、得られる成形品は低密度で機械的強度が低いものとなる。一方、高温側の温度領域で焼結する場合は、ある一定の保持時間を超えると得られる成形品の結晶粒子の粒径が大きくなるとともに、成形品内の残留酸素が多くなり機械的強度が低いものとなる。また、図2の斜線の符した領域内のうち、特に1200～1400℃の範囲で焼結を行うと、より高密度で引張強度、降伏強度等の機械強度に優れた成形品を得ることができる。

40 【0022】図2中n点のように焼結温度が1000℃未満の場合や、m点のように焼結温度が1050℃であっても保持時間が短く、斜線を符した範囲外の条件となる場合では、焼結が不十分で、成形品は低密度で機械的強度が低いものとなり好ましくない。また、焼結温度が1500℃を超える場合や、図2中k点、l点のように焼結温度が1500℃以下でも、保持時間が長すぎて斜線を符した範囲外の条件となる場合では、成形品の結晶粒子の粒径が大きくなり、成形品は残留酸素が多く機械的強度が低いものとなり好ましくない。また、焼結は1

000～1500℃の範囲で必ずしも一定時間保持しなくてもよく、同範囲内の温度で昇温および降温を繰り返す条件下で行ってもよい。この場合、焼結時の平均温度を算出し、その温度で保持した場合の好適な保持時間を図2から求め、その保持時間範囲内で焼結を行う。

【0023】焼結時の雰囲気については、760 Torr を超える加圧下ではバインダー由来の酸素および炭素を効率よく除去できない場合があり、また、大気下等不活性ガス以外のガスが存在する雰囲気下で焼結を行うと、チタン系金属粉末が酸化する等の化学反応が起こり好ましくない。

【0024】このようなチタン系金属粉末の焼結成形法にあつては、低ゲル強度、低分子量の寒天と水とからなるバインダーを使用し、脱バインダーを特定の制御された条件で行うので、バインダーを効率良く分解してグリーン体から除去することができ、残留酸素、残留炭素の低い機械的強度に優れた成形品を得ることができる。また、脱バインダー後の焼結を、特定の制御された条件で行うので、成形品中の残留酸素、残留炭素をより低く抑制でき、焼結密度が高く、機械的強度に優れた成形品を得ることができる。

【0025】以下、具体例を示し、本発明の作用、効果を明確にする。なお、本発明は以下の具体例に限定されるものではない。

(製造例)

・グリーン体の製造

ガスアトマイズ法によって得られた粒径45 μm以下

(平均粒径25 μm)の球状のチタン(純Ti)粉末に対して、チタネート系カップリング剤を、チタン粉末単位体積当たり1.5%の割合で使用し、乾式処理法で表*30

*面処理を行った。一方、寒天25重量部および防食剤0.1重量部を、温水(イオン交換水)100重量部に溶解してバインダーを調製した。寒天は、ゲル強度が寒天濃度4%で425 g/cm²、平均分子量の82,500のものを用いた。上記で得た表面処理済みのチタン粉末を予め約90～100℃に加温し、これの55容量部(上記イオン交換水100重量部に対して680重量部)を、96℃に保温した上記バインダー45容量部に3回に分けて添加した。そして、温度100～120℃、蒸気圧1.0～2.0 atmの条件で混練した。次いで、得られた成形用組成物をペレット化し、これを射出温度94℃、金型温度25℃で射出成形した後、金型を水冷して射出物を固化させて、幅15mm、長さ100mm、厚さ10mmの短冊状のグリーン体を得、さらに、このグリーン体を真空乾燥装置にいれ、温度80℃、圧力1トル、時間4時間の条件で真空乾燥し、含水率約0.5wt%まで水を除去した。

【0026】(実施例1～5、比較例1～2)上記製造例で得られた乾燥後のグリーン体を加熱炉中に入れ、表1に示した雰囲気下で、室温から100℃まで3℃/分で昇温し、100℃～400℃まで表1に示した昇温速度でそれぞれ昇温して脱バインダーを行った。ついで得られたブラウン体を、いずれも1×10⁻⁴ Torrの真空下で1300℃まで5℃/分で昇温後2時間保持し、焼結を行った。得られた成形品の、残留炭素、残留酸素を測定し、降伏強度、引張強度、降伏点伸びについても評価を行った。その結果を表1に示す。

【0027】

【表1】

実施例 および 比較例番号	100～400℃ の昇温速度 (℃/分)	雰囲気	残留炭素 (%)	残留酸素 (%)	引張強度 (kgf/mm ²)	降伏強度 (kgf/mm ²)	降伏点 伸び (%)
実施例1	1	8×10 ⁻² torr	0.33	0.30	75	60	10
実施例2	6.2	9×10 ⁻² torr	0.35	0.32	78	61	9
実施例3	15	9.5×10 ⁻² torr	0.55	0.36	83	65	5
実施例4	2	10 torr Ar 流通下	0.37	0.33	80	59	9
実施例5	15	10 torr Ar 流通下	0.54	0.35	82	66	8
比較例1	16	9.5×10 ⁻² torr	0.60	0.41	75	—	0
比較例2	18	10 torr Ar 流通下	0.63	0.43	60	—	0

【0028】このように、脱バインダー時の雰囲気を1×10⁻¹ Torrより高真空または0.1～760 Torrの不活性ガス雰囲気とし、その昇温速度を15℃/

分以下とし、かつ、1×10⁻⁴ Torrの真空下、1300℃で2時間保持して焼結した場合、得られた成形品は残留炭素、残留酸素が少なく、降伏強度、引張強度、

降伏点伸びの機械的強度も優れていた。

【0029】（実施例 6～15、比較例 3～6）上記製造例で得られた乾燥後のグリーン体を加熱炉中に入れ、 1×10^{-2} Torr の真空下で、室温から 100℃まで 3℃/分で昇温し、100℃～400℃までは 1℃/分で昇温して脱バインダーを行った。ついで得られたブラウン体を、表 2 に示す雰囲気下で表 2 に示す温度まで 5 *

*℃/分で昇温し、さらにその温度で表 2 に示す時間で保持し、焼結を行った。得られた成形品の、焼結密度、残留炭素、残留酸素を測定し、降伏強度、引張強度、降伏点伸びについても評価を行った。その結果を表 2 に示す。

【0030】

【表 2】

実施例 および 比較例番号	保持温度 (℃)	保持時間 (時間)	雰囲気 (torr)	残留 炭素 (%)	残留 酸素 (%)	引張強度 (kgf/mm ²)	降伏強度 (kgf/mm ²)	降伏点 伸び (%)	焼結 密度 (%)
実施例 6	1500	0	5×10^{-3}	0.43	0.38	83	65	5	96.8
実施例 7	1400	0.3	4×10^{-3}	0.42	0.36	82	64	7	97.3
実施例 8	1200	0.5	9×10^{-4}	0.37	0.33	76	58	9	89.3
実施例 9	1400	4	4×10^{-3}	0.41	0.37	84	66	6	98.5
実施例 10	1300	8	2×10^{-3}	0.38	0.38	82	63	8	98.8
実施例 11	1000	4	5×10^{-4}	0.37	0.34	78	60	10	88.6
実施例 12	1300	2	3×10^{-3}	0.33	0.30	75	60	10	97.3
実施例 13	1300	25	2×10^{-3}	0.41	0.38	81	58	9	97.8
実施例 14	1200	50	1×10^{-3}	0.37	0.37	82	62	8	95.6
実施例 15	1000	200	9×10^{-4}	0.37	0.39	78	62	9	92.8
比較例 3	1490	2	5×10^{-3}	0.46	0.45	76	—	0	98.9
比較例 4	1400	15	4×10^{-3}	0.44	0.43	83	66	0.2	98.9
比較例 5	1050	2	1×10^{-3}	0.37	0.36	42	—	0.1	85.3
比較例 6	980	25	9×10^{-4}	0.38	0.35	30	—	0	82.6

【0031】このように、 1×10^{-2} Torr の真空下で、室温から 100℃まで 3℃/分で昇温し、100℃～400℃までは 1℃/分で昇温して脱バインダーを行い、得られたブラウン体を、 1×10^{-2} Torr より高真空または 0.01～760 Torr の不活性ガス雰囲気下、焼結温度および保持時間を図 2 中の斜線を符した領域内として焼結した場合、得られた成形品は焼結密度が高く、残留炭素、残留酸素が少なく、降伏強度、引張強度、降伏点伸びで表わされる機械的強度が優れてい

30

【0032】

【発明の効果】以上説明したように本発明のチタン系金属粉末の焼結成形法は、低ゲル強度、低分子量の寒天と

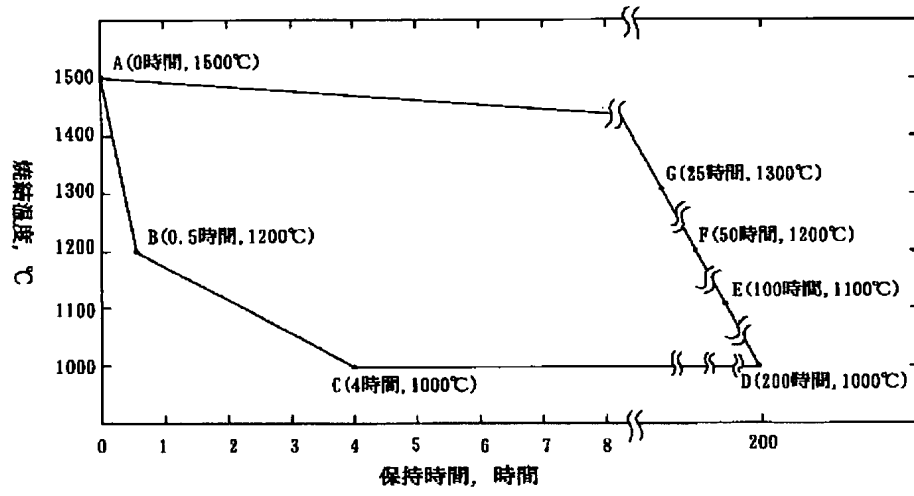
水とからなるバインダーを使用し、脱バインダーを特定の制御された条件で行うものであるので、バインダーを効率良く分解してグリーン体から除去することができ、残留酸素、残留炭素の低い機械的強度に優れた成形品を得ることができる。また、脱バインダー後の焼結を、特定の制御された条件で行うものであるので、成形品中の残留酸素、残留炭素をより低く抑制でき、焼結密度が高く、機械的強度に優れた成形品を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の請求項 1 における焼結温度と保持時間の関係を示したグラフである。

【図 2】 本発明の実施例における焼結温度と保持時間の関係を示したグラフである。

【図1】



【図2】

